

**Apparatus, useful for producing a powdered product in the food and pharmaceutical industries, comprises a relaxation device for an atomizer medium, feeders and a mixer**

**Publication number:** DE10233864

**Publication date:** 2003-07-17

**Inventor:** BERGER THOMAS (DE); GAEHRS HANS JASPER (DE); GOCKEL FRANK (DE)

**Applicant:** MESSER GRIESHEIM GMBH (DE)

**Classification:**

**- International:** B01J2/00; B01J2/04; B01J2/00; B01J2/02; (IPC1-7): B01J2/00

**- european:** B01J2/00D; B01J2/04

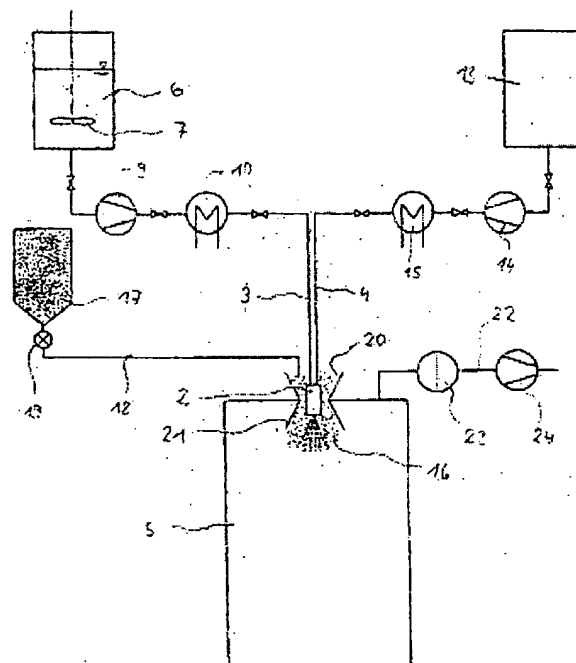
**Application number:** DE20021033864 20020103

**Priority number(s):** DE20021033864 20020103

**Report a data error here**

**Abstract of DE10233864**

Apparatus for producing a powdered product comprises: (1) a relaxation device for a liquid, supercritical or gaseous atomizer medium; (2) a feeder for the atomizer medium; (3) a feeder for an active substance; (4) a mixer; and (5) a feeder for a support.



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 102 33 864 A 1**

⑤1 Int. Cl. 7:  
**B 01 J 2/00**

②1 Aktenzeichen: 102 33 864.7  
②2 Anmeldetag: 3. 1. 2002  
④3 Offenlegungstag: 17. 7. 2003

⑦1 Anmelder:  
Messer Griesheim GmbH, 65933 Frankfurt, DE

⑦2 Erfinder:  
Berger, Thomas, 45219 Essen, DE; Gähns, Hans  
Jasper, 40474 Düsseldorf, DE; Gockel, Frank, 45881  
Gelsenkirchen, DE

⑤6 Entgegenhaltungen:  
DE 197 48 069 A1  
WO 99/17 868 A1

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

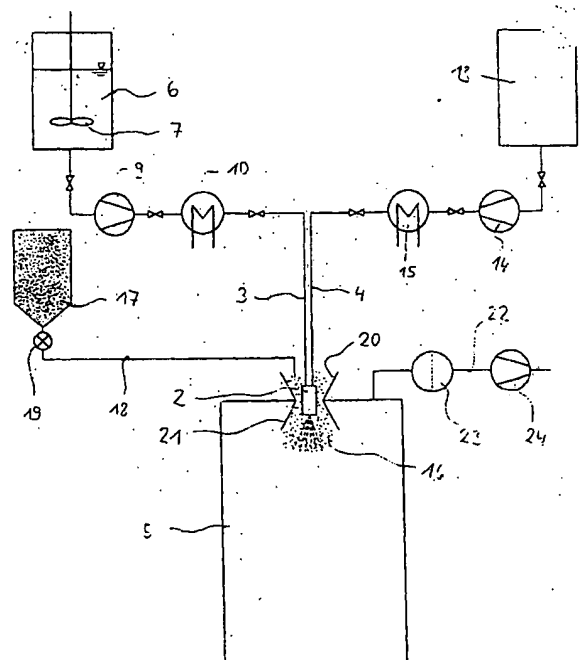
Der Inhalt dieser Schrift weicht von den am Anmeldetag eingereichten Unterlagen ab  
Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung pulverförmiger Produkte

⑤7 Um insbesondere flüssige Wirkstoffe in Pulverform zu überführen, werden diese zerstäubt und mittels traditioneller Zerstäubungsverfahren, wie Sprühtrocknung oder Wirbelschichtverfahren mit einem festen, pulverförmigen Trägermaterial in Kontakt gebracht. Um eine verbesserte Zerstäubung des Wirkstoffes zu ermöglichen, wurde vorgeschlagen, ein Zerstäubermedium im Wirkstoff zu lösen und die Lösung anschließend zu entspannen.

Die Beladung ist bei traditionellen Zerstäubungsverfahren sehr inhomogen und auf einen geringen Gew.-% Anteil des Wirkstoffes am gesamten Pulver beschränkt. Bei der Lösung eines Zerstäubermediums im Wirkstoff und anschließender Entspannung lässt sich der Volumenanteil des Wirkstoffes am Pulver zwar deutlich erhöhen, das Verfahren bedingt jedoch die Löslichkeit des Zerstäubermediums im Wirkstoff.

Erfindungsgemäß wird daher vorgeschlagen, einen Wirkstoff mit einem unter Druck stehenden, in flüssigem, überkritischem oder gasförmigem Zustand vorliegenden Zerstäubermedium in getrennten Produktströmen zu einer Mehrstoffdüse zu führen und anschließend das Zerstäubermedium zu entspannen. Durch die Volumenvergrößerung des sich entspannenden Zerstäubermediums wird der Wirkstoff sehr fein zerstäubt. Anschließend wird er einem pulverförmigen Trägermaterial zugeführt. Eine Löslichkeit der Stoffe ineinander ist nicht erforderlich. Das erfindungsgemäße Verfahren ermöglicht einen hohen Volumenanteil des Wirkstoffes am entstehenden Pulver. Zugleich können in einer ...



DE 102 33 864 A 1

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung pulverförmiger Produkte, bei dem ein flüssiger oder fluider Wirkstoff zerstäubt und der zerstäubte Wirkstoff mit einem streufähigen, festen oder gelartigen Trägermaterial in Kontakt gebracht wird. Die Erfindung betrifft ferner eine Vorrichtung zur Durchführung dieses Verfahrens.

[0002] In vielen Anwendungsbereichen werden pulverförmige Produkte wegen ihrer für viele Anwendungen einfacheren Handhabbarkeit gegenüber Flüssigkeiten bevorzugt. So ist im Normalfall beispielsweise der Transport und die Lagerung eines pulverförmigen Produkts gegenüber einer Flüssigkeit unkritischer. Um einen flüssigen Wirkstoff in ein streuförmiges Produkt zu überführen, kann der flüssige Wirkstoff beispielsweise durch Kühlung verfestigt und in Pulverform überführt werden.

[0003] So ist aus der DE 197 48 069 A1 ein Verfahren zur Kristallisation von Flüssigkeiten, insbesondere von Speisefetten bekannt geworden, bei dem ein flüssiger Wirkstoff mit verflüssigtem Kohlendioxid vermischt und das Gemisch anschließend entspannt wird. Bei der Entspannung des flüssigen Kohlendioxids verdampft dieses unter starker Volumenzunahme, aufgrund derer der Wirkstoff in feine Partikel zerstäubt wird. Gleichzeitig führt die Entspannung aufgrund des Joule-Thomson-Effektes zu einer starken Abkühlung des Gemisches, die zu einer Verfestigung der Partikel führt. Dieses Verfahren – bei vielen Anwendungen bewährt – ist insofern nachteilig, als ein auf diese Weise pulverisierter Wirkstoff, dessen Schmelzpunkt unterhalb der Umgebungstemperatur liegt, zur Aufrechterhaltung des pulverförmigen Zustandes laufend gekühlt werden muss.

[0004] Um auch solche Wirkstoffe, deren Schmelzpunkt unterhalb der Umgebungstemperatur liegt, streufähig zu machen, werden diese auf einen pulverförmigen Trägerstoff aufgebracht. Hierzu wird der Wirkstoff mit dem bereits in Pulverform vorliegenden Trägerstoff durch klassische Mischprozesse, Wirbelschicht- oder Sprühtrocknungsverfahren kontaktiert. Auf diese Weise beladene Trägerstoffe können einen Wirkstoffanteil etwa 2–10 Gew.-% enthalten. Neben diesem recht geringen Wert weisen die genannten Verfahren zudem den Nachteil auf, dass es insbesondere bei leicht flüchtigen oder temperaturempfindlichen Substanzen häufig zu Qualitätseinbußen und Produktverlusten kommen kann.

[0005] Aus der WO 99/17868 ist ein Verfahren zur Herstellung eines pulverförmigen Stoffs durch Beladung eines Trägermaterials mit einem flüssigen Wirkstoff oder Wirkstoffgemisch bekannt geworden, bei dem in dem zu pulverisierenden Wirkstoff zunächst ein Gas unter erhöhtem Druck aufgelöst wird. Die so entstandene Flüssigkeits-Gas-Lösung wird einem Entspannungsorgan zugeführt, wobei vor, in oder unmittelbar hinter dem Entspannungsorgan ein fester, pulverförmiger Trägerstoff zugemischt wird. Durch die Entspannung der Lösung wird der Wirkstoff zerstäubt und gleichzeitig mit dem Trägerstoff kontaktiert. Mit diesem Verfahren lässt sich der Trägerstoffanteil auf Werte unter 20–50 Gew.-% reduzieren. Durch die viskositäts-erniedrigende Wirkung bei der Lösung bestimmter Gase können insbesondere auch hochviskose Stoffe pulverisiert werden. Voraussetzung des Verfahrens ist jedoch eine ausreichende Löslichkeit des Gases im flüssigen Wirkstoff. Beide Stoffe – Flüssigkeit wie Gas – müssen bei entsprechend hohem Druck und einer ausreichenden Verweilzeit miteinander in Kontakt gehalten werden, um die angestrebte Konzentration des Gases im flüssigen Wirkstoff zu ermöglichen.

[0006] Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist eine technisch einfache und wirtschaftliche Möglichkeit bereitzustel-

len, mit dem es möglich ist, Flüssigkeiten produktschonend auf streufähige Trägerstoffe aufzubringen.

[0007] Gelöst ist diese Aufgabe bei einem Verfahren der eingangs genannten Art und Zweckbestimmung dadurch, dass der Wirkstoff und das unter Druck in flüssigem, überkritischem oder gasförmigem Zustand vorliegende Zerstäubermedium in getrennten Produktströmen zu einer Entspannungsdüse geführt werden und der Wirkstoff durch die bei einer Entspannung des Zerstäubermediums an der Entspannungsdüse auftretende Volumenvergrößerung zerstäubt wird.

[0008] Bei der Erfindung findet also während oder unmittelbar nach der Entspannung des Zerstäubermediums ein Mischungsvorgang mit dem Wirkstoff oder den Wirkstoffen statt. Eine Löslichkeit des Zerstäubermediums in dem Wirkstoff – oder umgekehrt – ist nicht erforderlich. Die Mischungen können somit verschiedene Wirkstoffe und Zerstäubermedien in einer weiten Variationsbreite enthalten und mit unterschiedlichsten Mischungsverhältnissen der Komponenten realisiert werden. Das Trägermaterial weist zumindest nach der Entspannung des Zerstäubermediums bzw. nach der Beladung mit dem Wirkstoff Streufähigkeit auf.

[0009] In einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung wird das Trägermaterial dem Wirkstoff und/oder dem Zerstäubermedium bereits vor der Entspannung des Zerstäubermediums zugeführt. Auf diese Weise lässt sich eine gute Durchmischung des Trägermaterials mit dem Wirkstoff erzielen.

[0010] Durch die Variation der Parameter Druck und/oder Temperatur des Zerstäubermediums und/oder Druck und/oder Temperatur des Wirkstoffes lassen sich die Eigenschaften des erzeugten Pulvers beeinflussen. Insbesondere können durch geeignete Wahl der vorgenannten Parameter Konsistenz, Temperatur, Menge oder Partikelgröße des zerstäubten Wirkstoffs den jeweiligen Anforderungen gemäß eingestellt werden.

[0011] Als Zerstäubermedium sind alle flüssigen, gasförmigen oder überkritischen Medien einsetzbar, deren Überführung von einem Zustand hohen Drucks in einen Zustand niedrigeren Druck mit einer die Zerstäubung des Wirkstoffes herbeiführenden Volumenvergrößerung verbunden ist. Besonders vorteilhaft ist daher ein Flüssiggas oder ein Gemisch aus Flüssiggasen, das bei der Entspannung eine Phasenumwandlung vom flüssigen/überkritischen in den gasförmigen Zustand vollzieht.

[0012] Besonders bevorzugt ist der Einsatz von flüssigem oder überkritischem Kohlendioxid als Zerstäubermedium, das bei der Entspannung zumindest teilweise in die Gasphase übergeht.

[0013] Bei der Wahl von Kohlendioxid als Zerstäubermedium weisen die für das erfindungsgemäße Verfahren besonders wichtigen physikalische Parameter bevorzugt folgende Werte auf:

Vor der Entspannung ein Druck von 15 bis 200 bar und eine Temperatur von  $-25^{\circ}\text{C}$  bis  $+50^{\circ}\text{C}$ , nach der Entspannung ein Druck von 0 bis 20 bar. Druckwerte von 15 bis 80 bar sowie eine Temperatur von  $-25^{\circ}\text{C}$  und  $+35^{\circ}\text{C}$  vor der Entspannung und einem Druck von ca. 1 bar nach der Entspannung sind dabei besonders vorteilhaft.

[0014] Insbesondere wegen ihrer physiologischen Unbedenklichkeit sind bevorzugte Trägermaterialien beispielsweise Kieselgur, Maltodextrin, Stärke oder Pulvercellulose.

[0015] Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorteilhaft mit einer Vorrichtung durchgeführt, welche die in Anspruch 8 aufgeführten Merkmale aufweist.

[0016] Die erfindungsgemäße Vorrichtung zur Durchführung der vorgenannten Verfahren umfasst eine Entspannungseinrichtung sowie eine Zuführung für einen Wirkstoff

und eine Zuführung für ein streufähiges Trägermaterial. In die Entspannungseinrichtung mündet eine druckfeste Zuführung für ein flüssiges, überkritisches oder gasförmiges Zerstäubermedium ein. Die Zuführung für den Wirkstoff mündet entweder unmittelbar vor oder hinter der Mündungsöffnung der Entspannungseinrichtung. Das Trägermaterial wird beispielsweise aus einem Vorratsspeicher entweder über der Zuführung zugeordnete Dosiereinheit oder mittels eines eigenen, z. B. gasförmigen Transportmediums nach dem Injektorprinzip eingespeist.

[0017] Eine erste besonders vorteilhafte Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, dass die Entspannungseinrichtung eine Einstoffdüse umfasst, die mit den Zuführungen für den Wirkstoff und das Zerstäubermedium strömungsverbunden ist. Hierbei wird der Wirkstoff und das Zerstäubermedium unmittelbar vor dem Düsenkörper der Einstoffdüse oder im Düsenkörper selbst zusammengebracht.

[0018] Zweckmäßigerweise weist die Einstoffdüse eine Mischkammer auf, in welcher der Wirkstoff unter teilweiser Entspannung des Zerstäubermediums mit diesem durchmischt wird. Die Zerstäubung des Wirkstoffes findet jedoch auch bei dieser speziellen Einstoffdüse am Düsenaustritt durch die vollständige Entspannung des Zerstäubermediums statt.

[0019] Alternativ zur vorgenannten Einstoffdüse kommt in einer weiteren Ausgestaltung der Erfindung eine Zweistoffdüse zum Einsatz. Die Zweistoffdüse ist mit der Zuführung für das Zerstäubermedium und mit der Zuführung für den Wirkstoff derart strömungsverbunden, dass beim bestimmungsgemäßen Einsatz der Zweistoffdüse ein Kontakt zwischen dem Wirkstoff und dem Zerstäubermedium erst am Düsenaustritt, also erst während oder nach der Entspannung des Zerstäubermediums zustande kommt.

[0020] Eine dritte Alternative sieht vor, dass die Entspannungseinrichtung eine Dreistoffdüse umfasst. Die Zuführungen von Zerstäubermedium, Wirkstoff und Trägermaterial sind so mit der Dreistoffdüse strömungsverbunden, dass bei bestimmungsgemäßen Einsatz der Dreistoffdüse ein Kontakt des Wirkstoffes mit dem Zerstäubermedium und dem Trägerstoff erst am Düsenaustritt zustande kommt.

[0021] Die Zuführung des Trägermaterials ist in vorteilhafter Weise mit der Zuführung für den Wirkstoff und/oder mit der Zuführung für das Zerstäubermedium strömungsverbunden bzw. mündet in diese ein. Auf diese Weise wird eine homogene Verteilung des Trägermaterials und damit eine homogene Beladung der Teilchen des Trägermaterials mit dem Wirkstoff ermöglicht.

[0022] Alternativ zur Einleitung des Trägermaterials in die Zuführungen für den Wirkstoff und/oder für das Zerstäubermedium sieht eine andere Ausgestaltung der Erfindung vor, im Bereich einer Ausmündung der Entspannungseinrichtung eine im wesentlichen ringförmige Ausmündung umgebende Austrageinrichtung anzuordnen. Die Partikel des Trägermaterials, die aus der Austrageinrichtung austreten, werden vom im Bereich der Ausmündung bestehende Strom aus Wirkstoff und Zerstäubermedium mitgerissen. Auf diese Weise wird eine homogene Beladung der Partikel mit dem Wirkstoff ermöglicht.

[0023] Zweckmäßigerweise ist der Zuführung für das Trägermaterial eine Dosiereinrichtung zugeordnet. Als Dosiereinrichtung kommt dabei beispielsweise eine der Zuführung des Trägermaterials zugeordnete Zellenradschleuse in Betracht. Das Trägermaterial kann jedoch auch mittels eines eigenen, z. B. gasförmigen Transportmediums durch die Zuführleitung transportiert und beispielsweise mittels eines Injektors in den Sprühhbereich eingespeist werden.

[0024] Um Produktparameter, wie Konsistenz, Beladung,

etc. variieren zu können, ist es vorteilhaft, in der Zuleitung für das Trägermaterial, der Zuleitung für den Wirkstoff und/oder der Zuleitung für das Zerstäubermedium Einrichtungen vorzusehen, mit welchen der Druck und/oder die Temperatur des jeweils zugeführten Stoffes auf vorbestimmte Werte einstellbar sind.

[0025] Anhand der Zeichnungen sollen nachfolgend Ausführungsbeispiele der Erfindung näher erläutert werden.

[0026] In schematischen Ansichten zeigen:

10 [0027] Fig. 1 eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit einer Zweistoffdüse als Entspannungseinrichtung in einer ersten Ausführungsform.

[0028] Fig. 2 eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit einer Zweistoffdüse als Entspannungseinrichtung in einer zweiten Ausführungsform.

15 [0029] Fig. 3 eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit einer Zweistoffdüse als Entspannungseinrichtung in einer dritten Ausführungsform.

[0030] Fig. 4 eine erfindungsgemäße Vorrichtung mit einer Einstoffdüse als Entspannungseinrichtung.

20 [0031] Die in Fig. 1 gezeigte Vorrichtung 1 umfasst eine als Zweistoffdüse 2 ausgebildete Entspannungseinrichtung, die mit Zuleitungen 3, 4 für einen Wirkstoff (3) und für ein Zerstäubermedium (4), im Ausführungsbeispiel Kohlendioxid, strömungsverbunden ist und die in eine Entspannungs-  
25 kammer 5 ausmündet.

[0032] Der Wirkstoff wird in einem Vorlagebehälter 6 bereitgestellt. Der Vorlagebehälter 6 kann auch dazu eingesetzt werden, den Wirkstoff durch Mischen, Emulgieren oder Lösen oder auf andere Weise herzustellen, und ist zu diesem Zweck mit geeigneten Einrichtungen, beispielsweise einem Mischer 7, ausgerüstet. Der Wirkstoff kann im Vorlagebehälter 6 auch unter Druck oder bei einer vorgegebenen Temperatur gelagert werden, um bevorzugte Eigenschaften des Wirkstoffes bzw. des zu erzeugenden Pulvers zu erhalten. Als Wirkstoffe kommen feste, pastöse oder flüssige Stoffe in Betracht, beispielsweise Fette, Öle oder Emulsionen oder andere Stoffe, die im pharmazeutischen oder lebensmittel-  
30 technischen Bereich Verwendung finden.

[0033] Der im Vorlagebehälter 6 bereitgestellte Wirkstoff wird mittels einer in der Zuleitung 3 angeordneten Pumpe 9 gefördert. Anstelle oder zusätzlich zur Pumpe 9 kann der Wirkstoff auch durch einen im Vorlagebehälter 6 angelegten Druck zur Zweistoffdüse gefördert werden. Ein gleichfalls in der Zuleitung 3 angeordneter Wärmetauscher 10 dient dazu, den Wirkstoff vor der Zuführung an die Zweistoffdüse 2 auf eine vorgegebene Temperatur zu bringen. Die hierbei zu wählende Temperatur bestimmt sich nach den gewünschten Eigenschaften des zu erzeugenden Pulvers. So kann beispielsweise durch eine Temperaturerhöhung die Viskosität des Wirkstoffes erniedrigt werden, wodurch der durchschnittliche Durchmesser der bei der Zerstäubung gewonnenen Tröpfchen verkleinert wird.

[0034] Das durch die Zuleitung 4 der Zweistoffdüse 2 zugeführte Zerstäubermedium wird in einem Vorratsbehälter 13 gelagert. Beim Zerstäubermedium handelt es sich bevorzugt um ein Gas oder um einen flüssigen oder überkritischen Stoff, der bei einer Entspannung zumindest teilweise in Gasform übergeht. Als Beispiele seien hier genannt: Stickstoff, Propan, Butan, Lachgas, Kohlendioxid, ein Edelgas oder ein Gasgemisch. Einen besonderen Vorteil bietet Kohlendioxid, das physiologisch unbedenklich und zudem preisgünstig und leicht verfügbar ist, und das beim Entspannen eine inerte, den Wirkstoff vor Oxidation schützende Atmosphäre ausbildet.  
35 40 45 50 55

[0035] Das im Ausführungsbeispiel als Zerstäubermedium eingesetzte Kohlendioxid wird im Vorratsbehälter 13 unter Druck, beispielsweise 15 bis 80 bar gelagert, und – im

Beispiel – mittels einer Pumpe 14 im verflüssigten Zustand zur Zweistoffdüse 2 gefördert. Durch einen in der Zuleitung 4 angeordneten Wärmetauscher 15 wird die Temperatur auf einen vorgegebenen Wert, bevorzugt zwischen minus 25°C und plus 35°C eingestellt. Vermittels der Pumpe 14 oder über einen hier nicht gezeigten Kompressor kann ein gewünschter Druck in der Zuleitung 4 eingestellt werden.

[0036] Die Zuleitungen 3, 4 münden, strömungstechnisch voneinander getrennt, in zwei Mündungsöffnungen der Zweistoffdüse 2 aus. Der aus der Zuleitung 3 herangeführte Wirkstoff und das aus der Zuleitung 4 herangeführte Kohlendioxid treten also erst vor der jeweiligen Mündungsöffnung miteinander in Kontakt. Das Kohlendioxid wird an seiner Mündungsöffnung der Zweistoffdüse 2 auf einen Druckwert von 0 bis 20 bar, vorzugsweise Normaldruck (ca. 1 bar) entspannt und geht dabei überwiegend in Gasform, zum Teil auch in – rasch sublimierenden – Kohlendioxidschnee über. Dabei wird der Wirkstoff durch die beim Phasenübergang eintretende rasche Volumenvergrößerung des Kohlendioxids erfasst, innerhalb eines Mischbereiches 16 vor den Mündungsöffnungen der Düse mit diesem vermischt und in feine Partikel zerstäubt. Infolge des Joule-Thomson-Effektes findet zudem eine Temperaturniedrigung des Kohlendioxids statt, die sich entsprechend auf den mit dem Kohlendioxid durchmischten Wirkstoff auswirkt. Die Höhe der Temperaturänderung wird im wesentlichen durch den vor der Entspannung in der Zuleitung 4 herrschenden Druck und die Temperatur des zugeführten Kohlendioxids, durch den Druck in der Entspannungskammer 5 und von dem Mischungsverhältnis Gas/Produkt bestimmt. Durch die Abkühlung wird der Dampfdruck des Wirkstoffs gesenkt, wodurch insbesondere bei leicht flüchtigen Stoffen die Verlustrate verringert wird.

[0037] Der zerstäubte Wirkstoff wird innerhalb der Entspannungskammer 5 mit einem pulverförmigen Trägermaterial in Kontakt gebracht. Bei dem Trägermaterial handelt es sich um eine pulverförmigen, festen oder gelartigen Stoff, beispielsweise um feine Pulver aus Kieselgur, Maltodextrose, Stärke, oder Pulvercellulose. Es genügt, dass die Pulverform erst bei der Kontaktierung mit dem zerstäubten Wirkstoff vorliegt. Das Trägermaterial wird in einem Bunker 17 gelagert und über eine Zuführung 18 herangeführt. Die Zufuhr des Trägermaterials erfolgt dabei in an sich bekannter Weise beispielsweise über Schwerkraft oder in einem – hier nicht gezeigten – Trägergastrom. Zur Dosierung des Trägermaterials ist in der Zuführung 18 eine Dosiereinrichtung, beispielsweise eine Zellenradschleuse 19 vorgesehen. Die Zuführung 18 mündet in einen Trichter 20 ein, dessen Mündungsöffnung sich ringförmig um die Zweistoffdüse 2 erstreckt und dem mündungsseitig ein Diffusor 21 vorgeschaltet ist. Durch die kontrollierte Zuführung des Trägermaterials in den unmittelbaren Mündungsbereich der Zweistoffdüse 2 erfolgt eine besonders wirksame Durchmischung des Trägermaterials mit den Partikeln des zerstäubten Wirkstoffs. Das Trägermaterial wird dabei vom Wirkstoff benetzt und vermag ihn dabei bis zu einer Beladung von 50 bis 80 Gew.-% des entstehenden Pulvers aufzunehmen. Das in Gasform übergegangene Kohlendioxid erzeugt im Innern der Entspannungskammer 5 zugleich eine sauerstoffreduzierte, inerte Atmosphäre.

[0038] Das auf diese Weise erzeugte pulverförmige Produkt kann der Entspannungskammer 5 über eine Ausleitung 22, in die ein Filter 23 sowie eine Pumpe 24 integriert ist, entnommen werden, ohne dabei mit der Außenatmosphäre in Kontakt zu kommen.

[0039] Die in den Figs. 2 bis 4 gezeigten Gegenstände entsprechen der in Fig. 1 gezeigten, mit Ausnahme einzelner Bauteile. Gleiche Komponenten sind daher mit den gleichen

Bezugsziffern versehen.

[0040] Die Gegenstände der Fig. 2 und 3 unterscheiden sich von dem der Fig. 1 durch die alternative Zuführung des Trägermaterials. Bei der in Fig. 2 gezeigten Vorrichtung 1' erfolgt die Zufuhr des Trägermaterials nicht über eine eigene Zuleitung zur Zweistoffdüse 2, sondern das Trägermaterial wird im Vorlagebehälter 6 dem Wirkstoff zugeführt, mit diesem vermischt bzw. in diesem gelöst und anschließend die Mischung bzw. Lösung der Zweistoffdüse 2 zugeführt. Auf diese Weise wird eine besonders hohe Homogenität des erzeugten Pulvers bewirkt. In der Ausführungsform der Vorrichtung 1" nach Fig. 3 erfolgt die Zuführung des Trägermaterials aus dem Bunker 17 über die Zellenradschleuse 19 in die Zuleitung 4 für das Zerstäubermedium. Das Zerstäubermedium dient dabei zugleich als Austragmittel für das Trägermaterial. Mit dieser Anordnung wird ebenfalls eine besonders hohe Homogenität des erzeugten Pulvers erzielt. Auch kann bei den Vorrichtungen 1' und 1" ein Trägermaterial zum Einsatz kommen, das seine pulverförmige Konsistenz erst beim oder durch die Entspannung an der Zweistoffdüse erhält.

[0041] Bei der in Fig. 4 gezeigten Vorrichtung 1''' kommt anstelle einer Zweistoffdüse eine als Düse mit interner Mischung ausgebildete Einstoffdüse 26 zum Einsatz. Die Zuleitung 3 für den Wirkstoff sowie die Zuleitung 4 für das Zerstäubermedium, hier Kohlendioxid, münden beide in einer der Mündungsöffnung 28 strömungstechnisch vorgeschalteten Mischkammer 27 der Einstoffdüse 26 ein. Innerhalb der Mischkammer 27 wird das Zerstäubermedium teilweise entspannt und zugleich mit dem Wirkstoff durchmisch. Hierdurch erfolgt die Zerstäubung des Wirkstoffes bei der beim Austreten des Gemisches auf der Mündungsöffnung 28 der Einstoffdüse 26 erfolgenden restlichen Entspannung des Kohlendioxids besonders effizient. Zur Zuführung des Trägermaterials kann selbstverständlich die in Fig. 4 gezeigte Ausführungsform anstelle des in Fig. 4 gezeigten Trichters 20 auch mit den in Figs. 2 oder 3 gezeigten Eintragsalternativen für das Trägermaterial kombiniert werden.

[0042] In keiner der gezeigten Ausführungsformen der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist die Löslichkeit des Zerstäubermediums in den Wirkstoff oder umgekehrt eine Voraussetzung für die Funktionsfähigkeit der jeweiligen Vorrichtung. Neben den in den Figuren gezeigten Ausführungsformen sind im Rahmen der Erfindung selbstverständlich auch andere Ausgestaltungen vorstellbar.

[0043] Die erfindungsgemäße Vorrichtung kann in einem weiten Bereich dazu eingesetzt werden, einen – insbesondere flüssigen – Wirkstoff in eine pulverförmige Darreichungsform zu bringen. Insbesondere ist die Vorrichtung geeignet für Anwendungen in der Lebensmitteltechnik oder der Pharmazie. Durch die Verwendbarkeit einer Vielzahl an Zerstäubermedien und Trägermaterialien können pulverförmige Produkte in einer großen Variabilität hergestellt werden.

#### Bezugszeichenliste

- 1, 1', 1'', 1''' Vorrichtung
- 2 Zweistoffdüse
- 3 Zuleitung
- 4 Zuleitung
- 5 Entspannungskammer
- 6 Vorlagebehälter
- 7 Mischsch
- 8 –
- 9 Pumpe
- 10 Wärmetauscher

- 11 -
- 12 -
- 13 Vorratsbehälter
- 14 Pumpe
- 15 Wärmetauscher
- 16 Mischbereich
- 17 Bunker
- 18 Zuführung
- 19 Zellenradschleuse
- 20 Trichter
- 21 Diffusor
- 22 Ausleitung
- 23 Filter
- 24 Pumpe
- 25 -
- 26 Einstoffdüse
- 27 Mischkammer
- 28 Mündungsöffnung

## Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung pulverförmiger Produkte, bei dem ein flüssiger oder fluider Wirkstoff zerstäubt und der zerstäubte Wirkstoff mit einem streufähigen, festen oder gelartigen Trägermaterial in Kontakt gebracht wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Wirkstoff und das unter Druck in flüssigem, überkritischem oder gasförmigem Zustand vorliegende Zerstäubermedium in getrennten Produktströmen zu einer Entspannungsdüse (2, 26) geführt werden und der Wirkstoff durch die bei einer Entspannung des Zerstäubermediums an der Entspannungsdüse (2, 26) auftretende Volumenvergrößerung zerstäubt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Trägermaterial dem Wirkstoff und/oder dem Zerstäubermedium vor dessen Zuführung an die Entspannungsdüse (2, 26) zugeführt wird.
3. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Wirkstoff und/oder das Zerstäubermedium vor der Vermischung auf eine vorgegebene Temperatur und/oder auf einen vorgegebenen Druck gebracht wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Zerstäubermedium ein Flüssiggas oder ein Gemisch aus Flüssiggas zum Einsatz kommt, das bei der Entspannung an der Entspannungsdüse (2, 26) zumindest teilweise eine Phasenumwandlung vollzieht.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass als Zerstäubermedium flüssiges oder überkritisches Kohlendioxid zum Einsatz kommt.
6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Kohlendioxid vor der Entspannung einen Druck von 15 bis 200 bar, vorzugsweise 15 bis 80 bar sowie eine Temperatur von -25°C bis +50°C, vorzugsweise -25°C bis +35°C, und nach der Entspannung einen Druck von 0 bis 20 bar, vorzugsweise etwa 1 bar, aufweist.
7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Trägermaterial Kiselgur, Maltodextrose, Stärke oder Pulvercellulose zum Einsatz kommt.
8. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der vorhergehenden Ansprüche, mit einer Entspannungseinrichtung (2, 26) für ein flüssiges, überkritisches oder gasförmiges Zerstäubermedium, die mit einer druckfesten Zuführung (4) für ein Zerstäubermedium strömungsverbunden ist, mit einer Zuführung

(3) für einen Wirkstoff, die in einem Mischbereich (16, 27) zum Mischen des Wirkstoffes mit dem Zerstäubermedium ausmündet, und mit einer Zuführung (18) für ein streufähiges mit dem Wirkstoff zu benetzendes Trägermaterial.

9. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Entspannungseinrichtung eine Einstoffdüse (26) umfasst, die mit der Zuführung (3) für das Zerstäubermedium und der Zuführung (4) für den Wirkstoff strömungsverbunden ist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, dass die Entspannungseinrichtung eine Mischkammer (27) umfasst, in der der Wirkstoff und das Zerstäubermedium unter teilweiser Entspannung des Zerstäubermediums durchmischt werden.

11. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Entspannungseinrichtung eine Zweistoffdüse (2) umfasst, die mit der Zuführung (4) für das Zerstäubermedium und der Zuführung (3) für den Wirkstoff derart strömungsverbunden ist, dass bei bestimmungsgemäßem Einsatz ein Kontakt zwischen Zerstäubermedium und Wirkstoff in einem Mischbereich (16) im Bereich des Düsenaustritts ermöglicht wird.

12. Vorrichtung nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die Entspannungseinrichtung eine Dreistoffdüse umfasst, die mit der Zuführung (4) für das Zerstäubermedium, der Zuführung (3) für den Wirkstoff und der Zuführung (18) für das Trägermaterial derart strömungsverbunden ist, dass bei bestimmungsgemäßem Einsatz ein Kontakt zwischen Zerstäubermedium, Wirkstoff und Trägermaterial in einem Mischbereich (16) am Düsenaustritt ermöglicht wird.

13. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführung (28) für das Trägermaterial mit der Zuführung (3) für den Wirkstoff und/oder mit der Zuführung (4) für das Zerstäubermedium strömungsverbunden ist.

14. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 12, dadurch gekennzeichnet, dass die Zuführung (18) für das Trägermaterial mit einer die Ausmündung der Entspannungseinrichtung (2, 26) im wesentlichen ringförmig umgebenden Austrageinrichtung (20) strömungsverbunden ist.

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 14, dadurch gekennzeichnet, dass der Zuführung (18) für das Trägermaterial eine Dosiereinrichtung, etwa eine Zellenradschleuse (19) oder eine Injektoreinrichtung zugeordnet ist.

16. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 8 bis 15, dadurch gekennzeichnet, dass der Zuleitung (3) für den Wirkstoff und/oder der Zuleitung (4) für das Zerstäubermedium jeweils Einrichtungen zur Einstellung eines vorgegebenen Drucks und/oder Temperatur (10, 15) zugeordnet ist/sind.

---

Hierzu 4 Seite(n) Zeichnungen

---

- Leerseite -

1 →

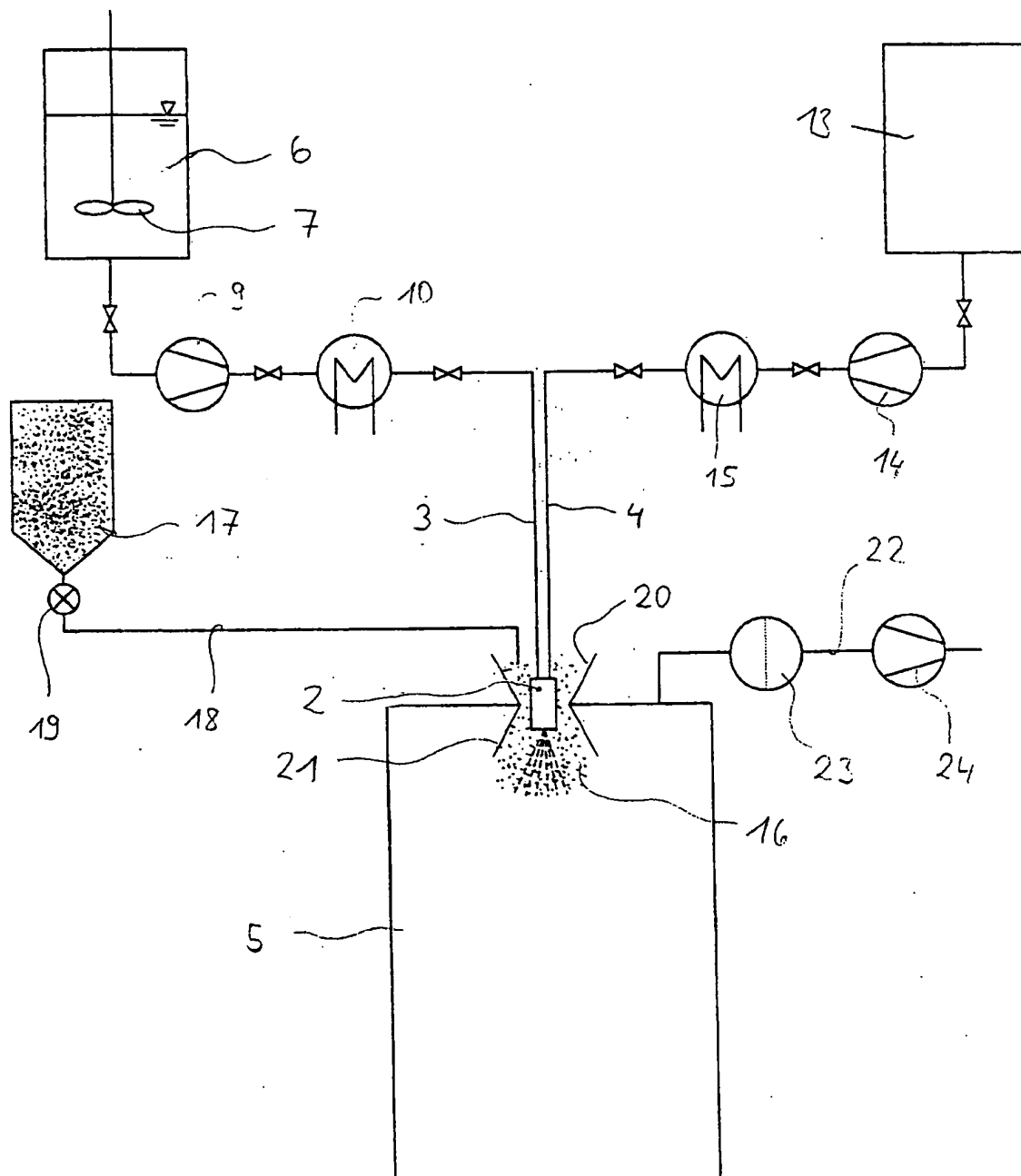


Fig. 1



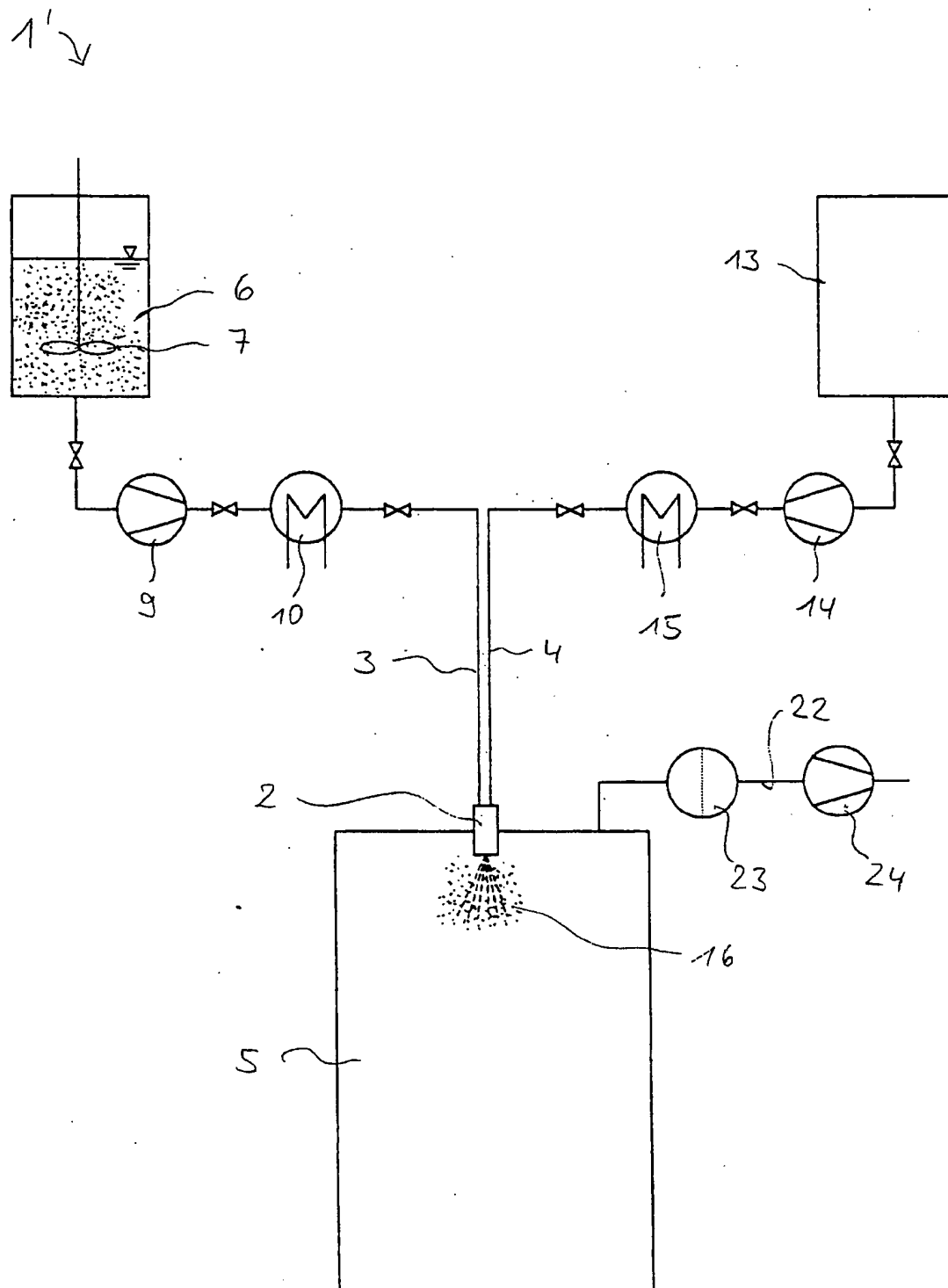


Fig. 2

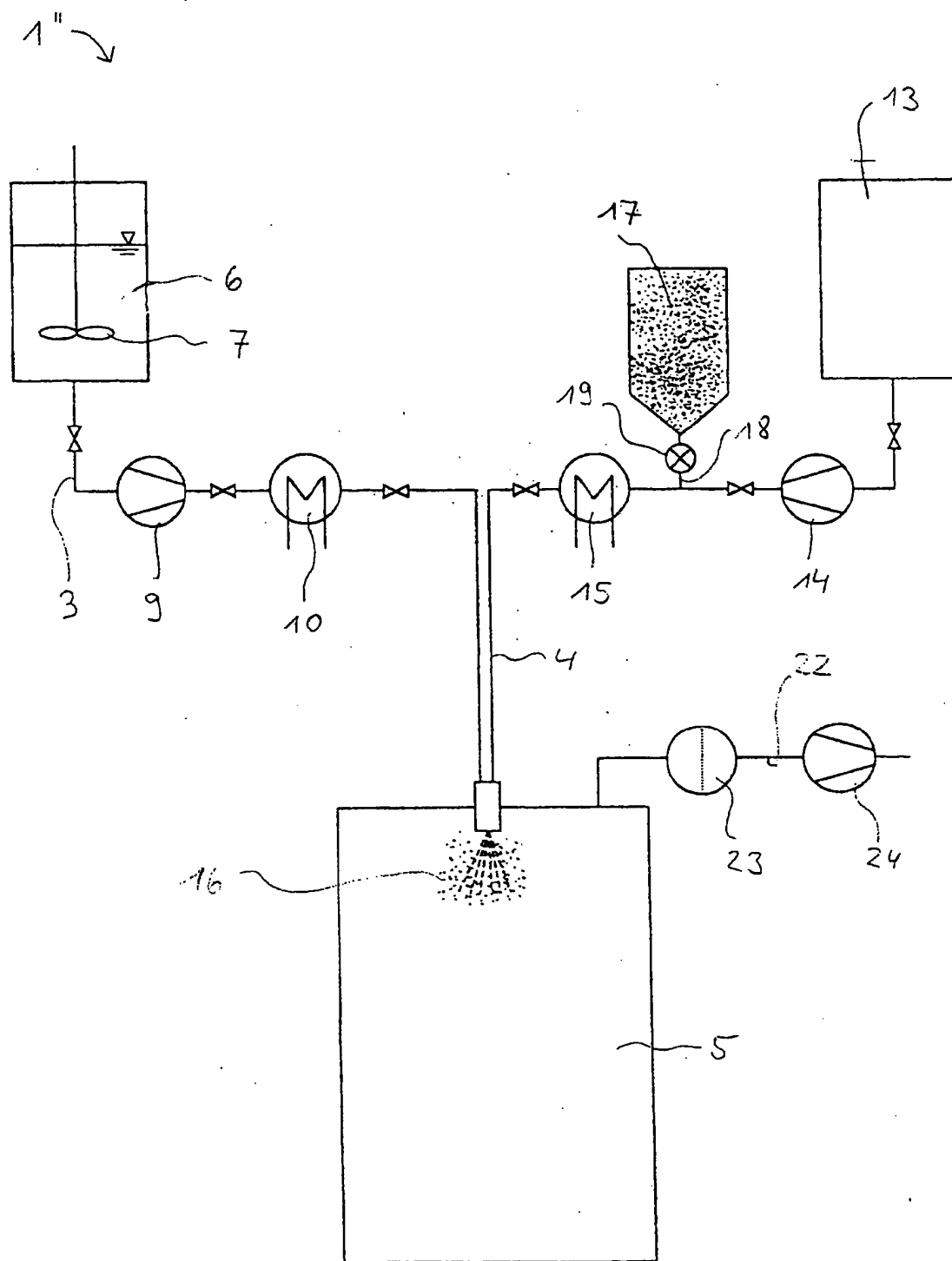


Fig. 3

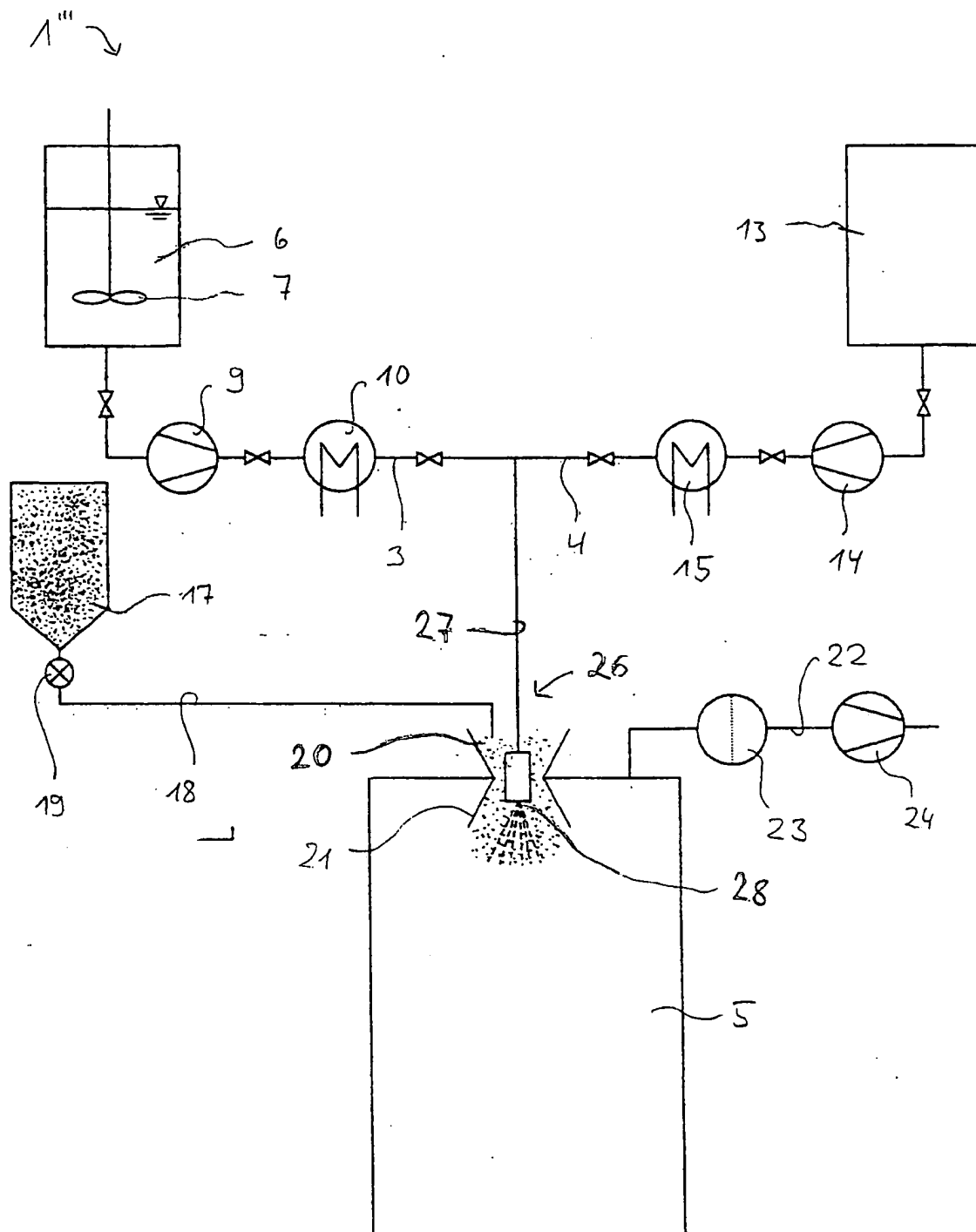


Fig 4